第51卷 第12期 金属学报 Vol.51 No.12
2015年12月 第1523-1530页 ACTA METALLURGICA SINICA Dec. 2015 pp.1523-1530

靶面放电特性对沉积粒子离化率及沉积行为的影响*

杨 超[1] 蒋百灵[1,2] 冯 林[1] 郝 娟[1]

1) 西安理工大学材料科学与工程学院, 西安 710048

2) 南京工业大学材料科学与工程学院, 南京 211816

摘 要 依据气体放电等离子体物理学知识, 通过增加靶材的电流密度将靶面气体放电引入至辉光与弧光放电之间的辉弧放电过渡区. 借助Ar^+轰击靶面的碰撞动能和电子传输所产生的Joule热能, 共同诱发靶面电子与原子克服表面逸出功的自发射. 由此获得高密度、高离化和高能量的沉积粒子. 实验分别在辉光放电区和辉弧过渡区各制备2组纯Ti薄膜. 利用激光共聚焦显微镜(CLSM)对不同靶基距处的薄膜厚度进行测量, 通过XRD, SEM, AFM和TEM对薄膜的微观结构进行观察, 并使用涂层附着力划痕仪对薄膜的膜基结合力进行测试. 实验结果表明: 在辉弧放电过渡区内所沉积的纯Ti薄膜具有纳米尺度的晶粒、致密的组织、均匀的薄膜厚度、较快的沉积速率和优异的膜基结合强度.

关键词 磁控溅射离子镀, 气体放电伏安特性, 热发射, 离化率

中图法分类号 TG43 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)12-1523-08

EFFECT OF DISCHARGE CHARACTERISTICS OF TARGET ON IONIZATION AND DEPOSITION OF DEPOSITED PARTICLES

YANG Chao [1], JIANG Bailing [1,2], FENG Lin [1], HAO Juan [1]

1) School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048

2) School of Materials Science and Engineering, Nanjing Technology University, Nanjing 211816

Correspondent: JIANG Bailing, professor, Tel: (029)82312812, E-mail: jiangbail@vip.163.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51271144)

Manuscript received 2015-04-07, in revised form 2015-06-05

ABSTRACT Magnetron sputtering ion plating (MAIP) is limited by the low density and low ionization of target atoms, which results in that the films deposited by MAIP have poor compactness, low adhesion and the quick decreasing in thickness along the target-to-substrate distance, so this disadvantages of the film quality and property can not satisfy the harsh need of modern society. Based on the physical gas discharging plasma theory, the gas discharge could be introduced into the glow-arc discharge section between the glow discharge and the arc discharge by increasing the target current density. By means of the collision kinetic energy of Ar^+ and the Joule heating effect of electrons, the electrons and atoms could be spontaneously induced to emit by overcoming the surface work function. Thus the deposited particles with a high density, a high energy and a high ionization can be obtained. Two groups of the Ti films were deposited in glow discharge and glow-arc discharge sections respectively. The film thickness at different target-to-substrate distances was measured by the CLSM. The microstructure of films was characterized by XRD, SEM, AFM and TEM. The adhesion between the film and substrate was determined by the microscratch tester. The results showed that the Ti film deposited in the glow-arc section of gas discharge had nanocrystal size, dense structure, uniform thickness, high deposition rate and excellent adhesion.

KEY WORDS magnetron sputtering ion plating, volt-ampere characteristic of gas discharge, thermal emission, ionization rate

*国家自然科学基金资助项目51271144
收到初稿日期: 2015-04-07, 收到修改稿日期: 2015-06-05
作者简介: 杨 超, 男, 1987年生, 博士生
DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00199

随着社会生活的迅速发展, 人们对各类产品抵御不良环境的能力和长期运行的可靠性、稳定性等提出了更高要求, 期望产品能在高温、高压、高速、高度自动化和恶劣的工况条件下长期稳定地运转[1]. 然而, 在工业生产中, 多数机械零部件在上述工况环境下难免会出现失效现象, 由此导致的材料报废会造成严重的资源浪费[2]. 这不仅严重影响企业的生产效率, 还会增加企业的生产成本, 长期制约了企业的发展. 而表面改性技术是通过在材料表面制备一层具有特殊成分、结构和性能的薄膜, 赋予材料能够抵抗不良环境和满足苛刻服役条件的能力[3]. 由此, 表面改性技术被广泛应用于机械加工、模具生产、材料防护和表面装饰等领域中.

因具有低温沉积、易实现多元素共沉积或梯度沉积和制备薄膜具有光滑表面等优点, 磁控溅射离子镀技术被广泛应用于半导体、光学和装饰性薄膜的制备领域中[4~6]. 但受碰撞脱靶的限制, 普通磁控溅射离子镀的沉积粒子以低能中性原子为主[7~9]. 而中性粒子不受电磁场影响, 沉积到基片表面时具有较低的活性和表面扩散能, 难以制备出结构致密且结合力好的膜层. 这一缺陷严重制约了该技术在精密机械制造业中的进一步发展. 因此, 为了改善镀层的组织结构和提高薄膜的综合性能, 获得高离化和高能量的沉积粒子已成为磁控溅射离子镀技术发展的关键[10]. 近几十年来, 研究者们先后引入"非平衡[11,12]"和"闭合场[13]"等诸多调控磁场的方法, 试图通过扩展等离子体区和增加等离子体密度达到提高沉积粒子离化率的目的. 但普通磁控溅射离子镀受低溅射产额和低能量传递系数的制约, 沉积粒子在等离子体区内具有较低的密度和能量, 进而限制了其与电子或离子的碰撞离化. 因此, 单纯的改变磁场环境并不能从根本上解决磁控溅射离子镀中沉积粒子低离化率的现状.

只有改变磁控溅射离子镀中沉积粒子的碰撞脱靶机制, 才能从根本上大幅度提高沉积粒子的离化率. 本工作基于气体放电等离子体知识, 通过调整阴极磁场排布和采用宽脉冲放电模式将气体放电引入辉弧放电过渡区. 利用真空腔内高密度 Ar^+ 轰击靶面的碰撞动能和电子流经金属靶材内所产生的Joule热效应[14], 共同诱发靶面原子与电子克服表面逸出功的热发射. 实现沉积粒子由磁控溅射的碰撞脱靶方式转变为碰撞加热发射的混合脱靶方式. 以此获得高离化、高能量和高密度的沉积粒子, 为制备结构良好和性能优异的薄膜打下坚实基础. 同时, 还研究了不同放电特性对薄膜微观结构、镀层均匀性和结合强度的影响规律.

1 实验方法

实验采用非平衡闭合场磁控溅射系统, 利用单靶在不同放电区间所属的电流密度下制备4组纯Ti薄膜. 平面磁控阴极靶材为纯度99.9%的Ti靶, 尺寸为100 mm×100 mm. 通过调整阴极磁铁排布及磁场强度将靶材表面放电面积缩小至60 cm². 其中, 靶材的放电面积由刻蚀环面积测量得到, 而靶电流密度定义为靶材电流与放电面积的比值. 实验基体选取P型(100) Si片和304号不锈钢片. 实验前分别使用 CH_3COCH_3 和 CH_3CH_2OH 溶液对基体各清洗20 min, 清洗完成后用纯 N_2 吹干并放置于真空腔内. 其中, Si片摆放于靶基距100~300 mm处(间隔25 mm), 用来检测不同靶基距位置处的薄膜厚度, 并取靶基距200 mm处的Si片进行薄膜微观结构的观察; 不锈钢片则放置于靶基距150 mm处, 用来检测薄膜的膜基结合强度. 所有基片的放置角度均与靶材表面方向垂直, 如图1所示.

实验采用40 kHz宽脉冲电源恒流控制模式, 分别在辉光放电区和辉弧放电过渡区各制备2组纯Ti薄膜. 薄膜沉积过程持续80 min, 前20 min为利用 Ar^+ 对靶材和基体表面进行的刻蚀和清洗, 基体清洗过程中Ti靶电流为0.5 A, 基体偏压为−450 V. 后60 min为纯Ti薄膜的沉积过程, 其中Ti靶电流密度 i 分别设定为0.083, 0.133, 0.217和0.250 A/cm², 基体偏压为−65 V. 而0.083 A/cm² 处于普通磁控溅射的靶电流密度范围. 沉积过程中Ar气流量恒定为150 Pa/s (90 mL/min), 真空室压力保持在0.8 Pa, 实验的具体参数如表1所示.

实验采用XRD-7000S型X射线衍射(XRD)仪

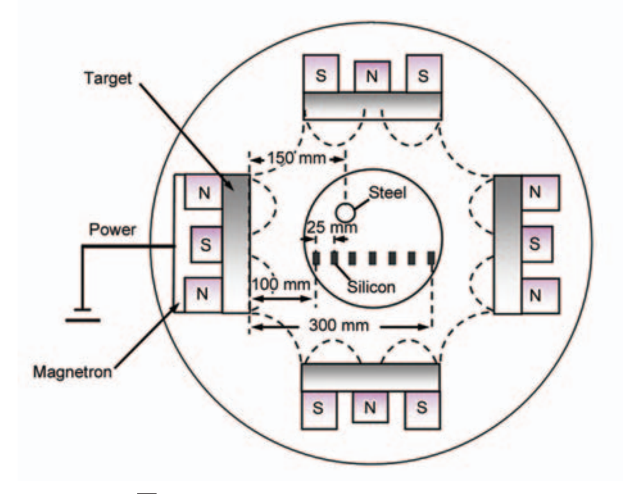


图1 沉积系统及样品摆放的俯视示意图

Fig.1 Schematic of the deposition system and the substrate position from top view

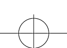


表1　纯Ti膜的沉积参数

Table 1　Deposition parameters of Ti films

Sample No.	I / A	i / (A·cm^{-2})	U / V	P / W	p / (W·cm^{-2})	f / kHz	T / μs	G / (Pa·s^{-1})	U_s / V
1	5	0.083	320	1600	26.67	40	24.5	150	−65
2	8	0.133	350	2800	46.67	40	24.5	150	−65
3	13	0.217	350	4550	75.83	40	24.5	150	−65
4	15	0.250	320	4800	80.00	40	24.5	150	−65

Note: I—target peak current, i—peak current density, U—target voltage, P—peak power, p—peak power density, f—pulse frequency, T—pulse duration, G—Ar flow, U_s—substrate bias voltage

对薄膜微观结构进行测试. 其中, 设备使用Cu靶的K_α谱线分析(波长为0.15406 nm), 测试范围30°~80°, 步长为0.02°; 采用JSM-6700F型扫描电子显微镜(SEM)和Dimension Icon型原子力显微镜(AFM)观察薄膜表面与截面的微观形貌; 在不同靶基距处的薄膜厚度通过LEXT-OLS4000型激光共聚焦显微镜(CLSM)进行测试; 采用WS-2005型涂层附着力自动划痕仪对薄膜的膜基结合力进行检测. 设备测试条件: 金刚石压头加载终止压力40 N, 加载速度60 N/min, 划痕长度4 mm; 采用GX-71型倒置金相显微镜(OM)对划痕区域进行观察.

2　实验结果与分析

2.1　气体放电伏安特性曲线

在40 kHz宽脉冲电场条件下, 对靶材的伏安特性进行测量(记录随靶材电流密度增加时所对应的靶材电压值), 测试结果如图2所示. 普通磁控溅射离子镀的靶电流密度为0.1~100 mA/cm^2 [15]. 由图可知, 其所处辉光放电区的伏安特性呈正比关系. 而当靶电流密度逐渐提升至0.2 A/cm^{2}以上时, 阴极靶材与阳极真空腔壁之间的伏安特性逐渐由正比关系转变为反比关系. 这是由于, 普通磁控溅射离子镀中电子的产生主要依靠阴极鞘层区内原子与电子的碰撞离化. 离化的程度取决于碰撞时电子的能量, 而电子的能量主要受阴阳极间电势差的影响. 因此, 辉光放电区的电流与电压呈正比关系. 然而, 将靶电流密度提升至普通磁控溅射电流密度的数倍或10倍以上时, 气体放电将会进入辉光与弧光放电之间的辉弧过渡区. 在辉弧过渡区内, 依靠真空腔内高密度Ar^+集中轰击靶面环形狭窄区域时的碰撞动能和电子流经金属靶材内所产生的Joule热效应, 共同促使靶面温度迅速上升. 由于温度的提升增加了靶材表面电子与原子的内能, 使其能够克服表面势垒从靶材表面自发射出. 并且, 热发射脱靶机制并不需要阴阳极间高

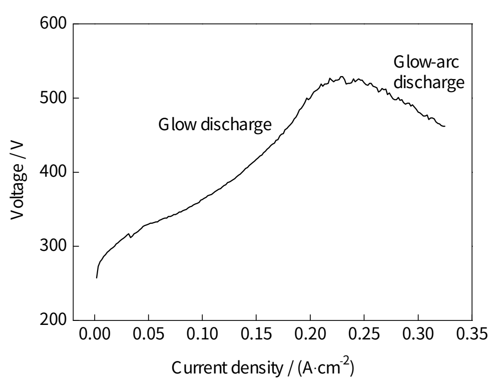


图2　气体放电伏安特性曲线

Fig.2　Volt-ampere characteristics curve of the gas discharge

电势差的维持, 在与普通磁控溅射相同或相近的靶电压条件下, 靶材能够获得几倍甚至10倍于普通磁控溅射的电流密度. 因此, 气体放电处于辉弧过渡区时, 靶面伏安特性呈现反比关系.

2.2　放电特性对沉积粒子分布的影响

试样沿靶基距方向上的厚度变化及拟合曲线如图3所示. 由图可知, 4组薄膜的厚度均随着靶基距的增大而减少. 其中, 辉光放电区的2组薄膜(试样No.1和No.2), 在任意靶基距处的薄膜厚度均随着峰值电流密度i的提高而增加. 从厚度拟合曲线的斜率变化情况也可看出, 在各个靶基距位置处, 薄膜厚度的增加幅度基本保持一致. 由于在辉光放电区, 沉积粒子主要依靠Ar^+的碰撞脱靶. 当i增大时, 受碰撞靶面的Ar^+数量增多的影响, 沉积粒子的数量也随之增加. 但沉积粒子的脱靶机制和离化率并没有明显改变, 因此薄膜厚度的变化幅度基本保持一致. 而气体放电处于辉弧过渡区时(试样No.3和No.4), 2组薄膜的厚度在靶基距200 mm处出现转变. 靶基距小于200 mm时, 试样No.4的厚度均小于试样No.3的厚度; 但在靶基距大于200 mm时, 试样No.4的厚度反而大于试样No.3. 由此说明i=0.250 A/cm^{2}时(试样No.4), 沉积粒子在远靶处具有

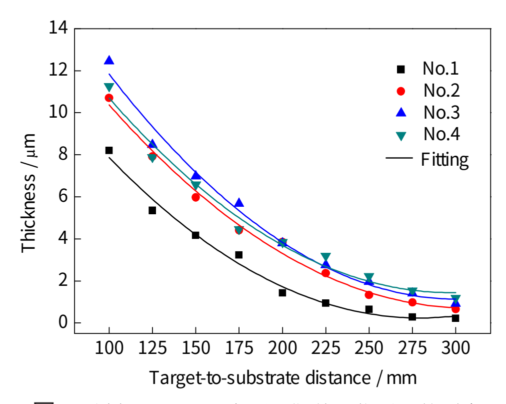


图3 试样No.1~No.4在不同靶基距位置处的厚度

Fig.3 Thicknesses of samples No.1~No.4 at different target-to-substrate distances

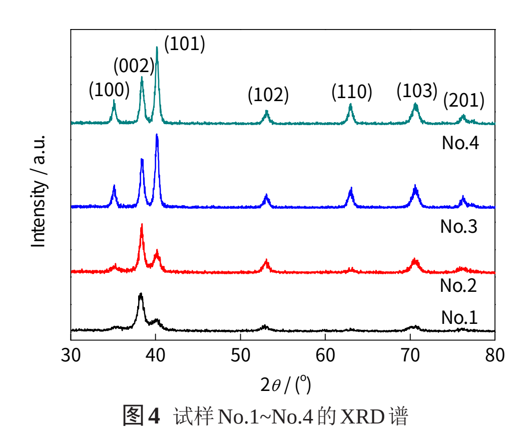


图4 试样No.1~No.4的XRD谱

Fig.4 XRD spectra of samples No.1~No.4

较多的数量. 通过计算靶基距100和300 mm处薄膜厚度的减少率可以发现, 随着 i 由0.083 A/cm^{2}增加至0.250 A/cm^{2}时, 薄膜厚度的减小率由97.4%降低至89.5%.

由此证明, 气体放电处于辉弧过渡区时, Ar^+的碰撞动能和电子的Joule热能可以诱发沉积粒子的热发射脱靶, 并且阴极鞘层区内靶材原子与电子数量的成倍增加大幅度提高了原子与电子的碰撞离化率. 在沉积过程中, 高离化的沉积粒子受基体负偏压的吸引能够向距靶较远处迁移. 因此, 沉积粒子的碰撞加热发射混合脱靶有利于提高沉积粒子的离化率和粒子分布的均匀性.

2.3 放电特性对薄膜微观结构的影响

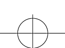
图4为4组薄膜的XRD谱. 如图可知, 试样No.1和No.2的衍射峰强度均较低, 说明薄膜的微观结构为晶粒尺寸较小的纳米晶结构. 而试样No.3和No.4的衍射峰强度明显增强, 说明薄膜的晶粒尺寸与形核数量均有所增加. 实验采用Scherrer公式[16,17]分别计算出4组薄膜的(100), (002)和(101)晶面的晶粒尺寸, 取其平均值作为薄膜的平均晶粒尺寸. 晶粒尺寸的计算结果分别为12, 13, 18和18 nm. 另一方面, 不同放电特性对薄膜的择优生长取向也存在一定影响. 试样No.1和No.2的择优取向为(002)面; 而试样No.3和No.4则以(002)和(101)面为双择优取向.

在薄膜沉积过程中, 薄膜的晶体结构、晶粒尺寸和择优取向主要受沉积粒子自身能量和数量的影响[18~20]. 当气体放电处于辉光区时, 受低碰撞脱靶产额和低能量碰撞传递系数的限制, 沉积粒子脱靶时具有较小的能量(<5 eV)和密度, 致使基片表面的沉积粒子具有较低的表面活性和扩散能. 因此, 薄膜易形成晶粒尺寸较小的纳米晶结构. 且较低的沉积速率能够给予原子足够的扩散时间, 利于薄膜向自由能最低的(002)面择优生长. 而当气体放电处于辉弧过渡区, 由于热发射脱靶能够提高沉积粒子的能量和数量. 因此, 在薄膜沉积时, 具有较高活性的沉积粒子增加了晶粒的形核数量及尺寸, 并使原子易向自由能最低的密排面择优生长. 此外, 较快的沉积速率抑制了薄膜晶粒的进一步生长, 将薄膜的晶粒尺寸限制在20 nm以下. 可见, 当气体放电处于辉弧过渡区时, 沉积的薄膜具有晶粒尺寸小于20 nm的纳米多晶结构. 众所周知, Ti常温下为hcp结构, 其晶格常数 c/a<1.633. 当 c/a<1.633时, (101)面替代(002)面成为自由能最低的密排面[21,22]. 因此, 随着 i 的增加, 薄膜逐渐具有(002)和(101)面双择优取向.

为了进一步验证不同放电特性对薄膜微观结构的影响规律, 实验对4组试样进行了高分辨透射电子显微(HRTEM)及选区电子衍射(SAED)分析, 如图5所示. 由图可知, 试样No.1的微观结构以晶粒尺寸10~15 nm的纳米晶为主, 晶界处存在较多原子排列的无序结构. 且衍射环表现为强度较低的光晕环, 也印证了薄膜的微观结构为纳米晶结构(图5a). 试样No.2表现为晶粒尺寸10~15 nm的纳米晶结构, 晶界处的无序结构开始逐渐消失(图5b). 试样No.3和No.4的晶粒尺寸逐渐增大至15~20 nm, 晶界的无序结构基本消失(图5c和d). 并且, 薄膜的SAED谱由光晕环转变为强度较大的多层衍射光点, 证明了处于辉弧过渡区的薄膜为纳米尺度的多晶结构. 该结果与XRD结果一致.

2.4 放电特性对薄膜生长结构的影响

图6为4组薄膜表面与截面的SEM像. 由图可知, 4组薄膜均表现为柱状晶生长结构. 试样No.1表面呈现出不规则且尺寸不一的圆盘状形貌, 为典型柱状晶的表面形貌(图6a). 且在柱状晶之间存在较多明显的微孔隙, 导致薄膜致密性较差(图6b). 试样No.2和No.3表面的圆形晶粒尺寸有所增大且逐渐



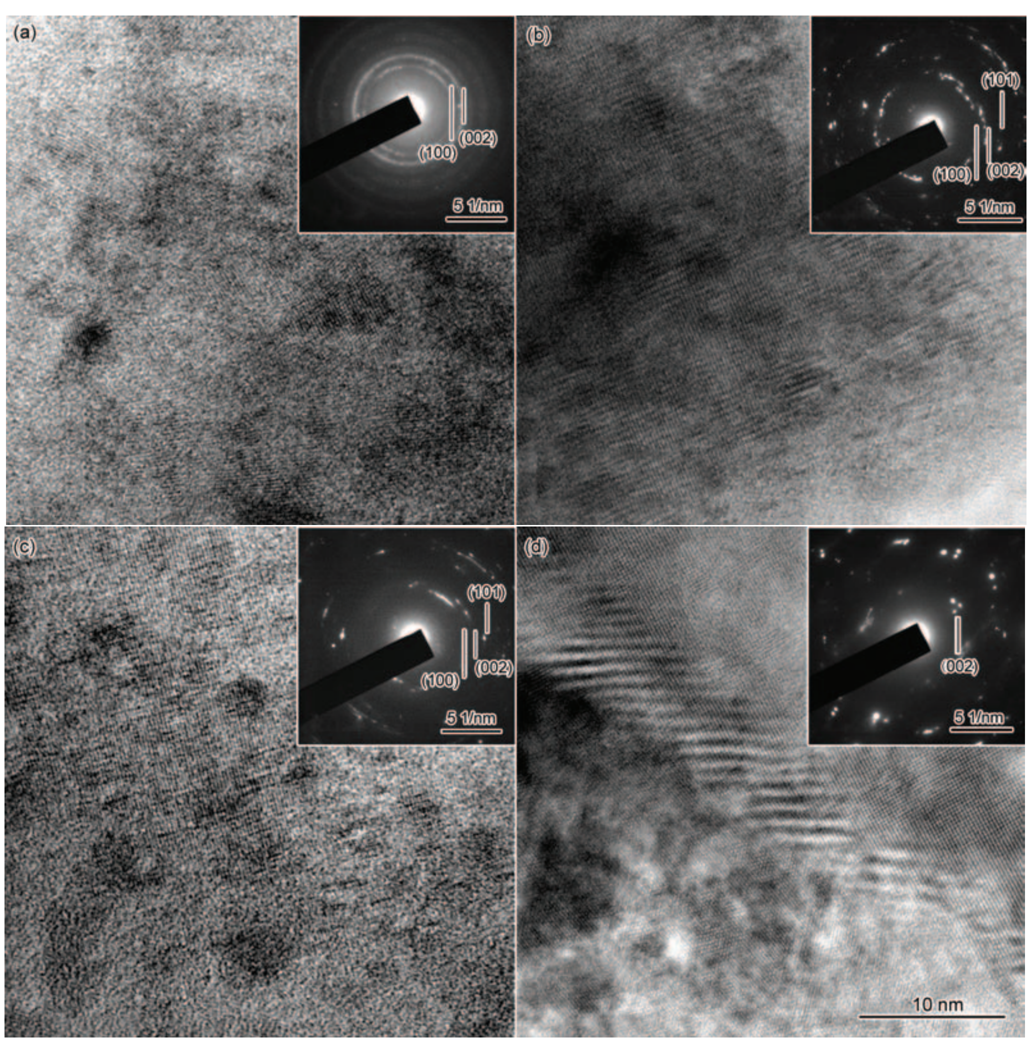


图5 试样No.1~No.4的HRTEM像及SAED谱

Fig.5 HRTEM images and SAED patterns (insets) of samples No.1 (a), No.2 (b), No.3 (c) and No.4 (d)

趋于一致(图6c和e), 柱状晶结构之间存在的孔隙数量也随之减少(图6d和f). 而试样No.4表面已经观察不到有孔隙存在(图6g), 从截面形貌也可看出, 柱状晶的宽度较小且排列相对致密(图6h), 说明了试样No.4具有较高的致密性. 实验利用AFM对薄膜的表面粗糙度进行检测, 4组试样的表面粗糙度(R_a)分别为46.1, 82.3, 41.2和8.8 nm. 由此说明, 在辉弧过渡区内沉积的试样No.4具有较高的致密性和平整光滑的表面. 另一方面, 薄膜的厚度可从截面SEM像中测量出, 测量结果分别为2.12, 3.72, 4.93和4.56 μm. 薄膜的沉积速率(靶基距200 mm)可由薄膜厚度计算出, 计算结果分别为35.3, 62.0, 82.2和76.0 nm/min. 由此说明, 在相同靶电压下, 碰撞加热发射混合脱靶方式相对纯碰撞脱靶具有较高的沉积速率.

以上结果证实, 在辉光放电区, Ar^+碰撞溅射出的沉积粒子具有低离化率、低能量和较小的密度. 基体表面的沉积粒子具有低活性和低扩散能, 使薄膜晶粒以独立的岛状方式生长而晶粒间存在较多孔隙, 且较小的密度降低了薄膜的沉积速率. 而在辉弧放电过渡区, 碰撞加热发射脱靶方式所获得的沉积粒子具有高能量、高离化和高密度等特点. 较高的能量增加了沉积粒子的活性和扩散能, 利于其在基体表面进行扩散并向晶粒间的空隙迁移, 使薄膜以层状方式致密生长. 高密度和高离化的沉积粒子不仅提高了薄膜的沉积速率, 而且在负偏压的作用下会对基体表面产生大量离子轰击. 离子的轰击能够去除薄膜表面的突起和结合较弱的组织, 使薄膜具有平整的表面质量和紧实的组织结构.

2.5 放电特性对薄膜膜基结合力的影响

实验以临界载荷评定薄膜膜基结合强度的好坏, 临界载荷为薄膜首次发生剥落、破损或断裂的载荷值. 图7和8分别为4组薄膜的临界载荷测试结果及划痕区域的OM像. 由图7可知, 在辉光放电区

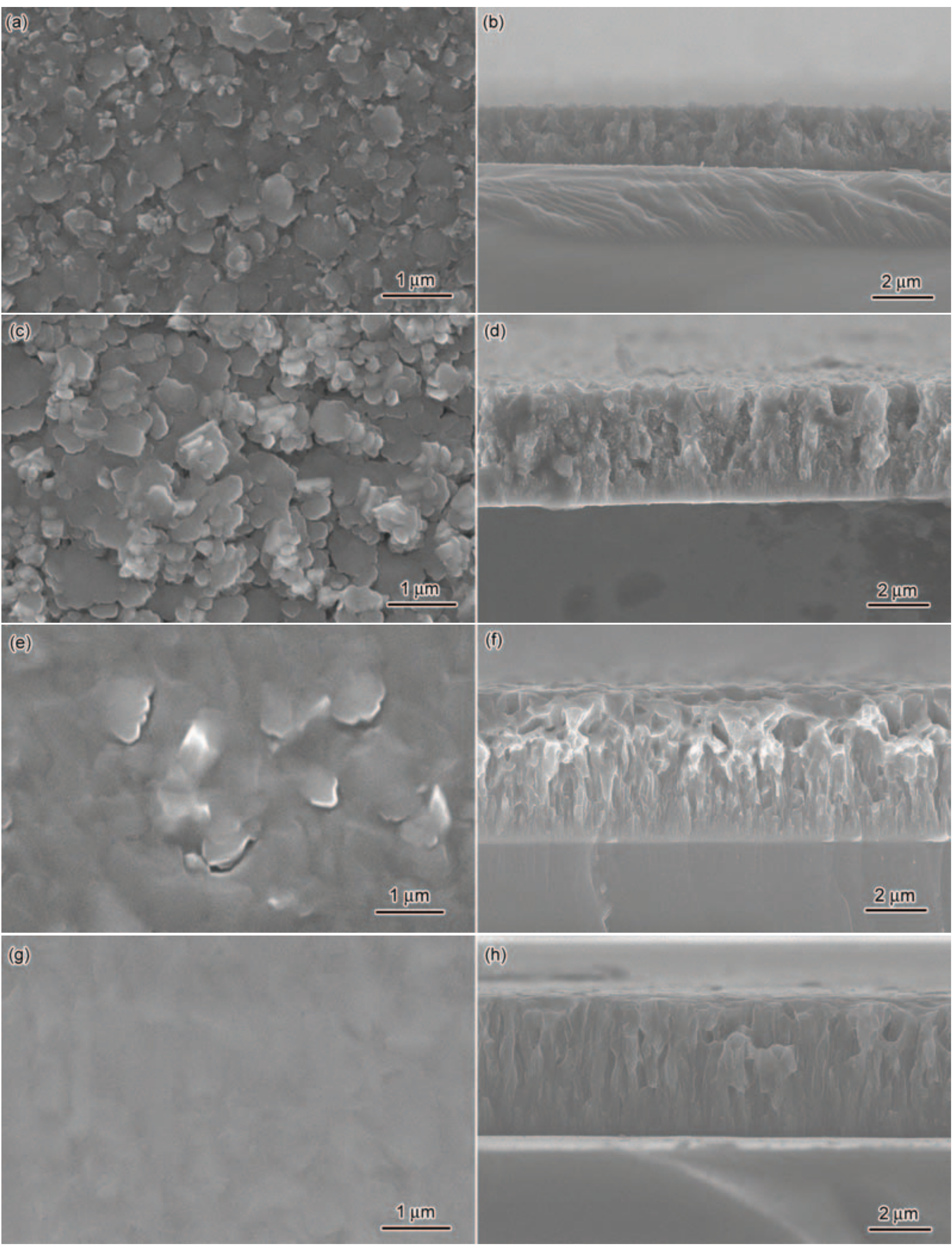


图6 试样No.1~No.4的表面与截面SEM像

Fig.6 Surface (a, c, e, g) and cross-sectional (b, d, f, h) images of samples No.1 (a, b), No.2 (c, d), No.3 (e, f) and No.4 (g, h)

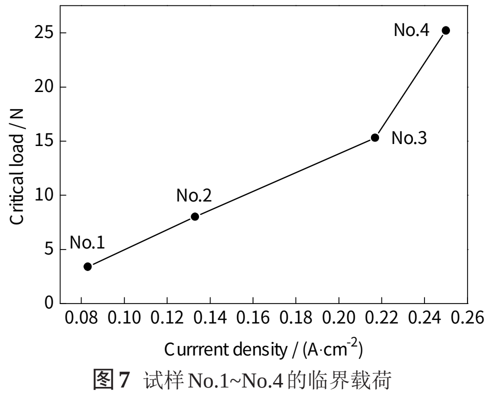


图7 试样No.1~No.4的临界载荷

Fig.7 Critical loads of samples No.1~No.4

内所沉积的试样No.1和No.2, 临界载荷处于较低水平(< 8 N); 而在辉弧过渡区所沉积的试样No.3和No.4, 具有较大的临界载荷值. 其中, 试样No.4的临界载荷为25.2 N. 由图8可知, 在较小载荷下, 试样No.1和No.2便开始出现断裂和大面积脱落(图8a和b); 而在整个划痕过程中, 试样No.3和No.4均未出现任何形式的脱落(图8c和d). 由此说明, 辉弧过渡区所沉积的薄膜具有良好的膜基结合强度.

出现以上现象的原因是: 气体放电处于辉光区时, 碰撞脱靶的沉积粒子以低能中性原子为主. 在

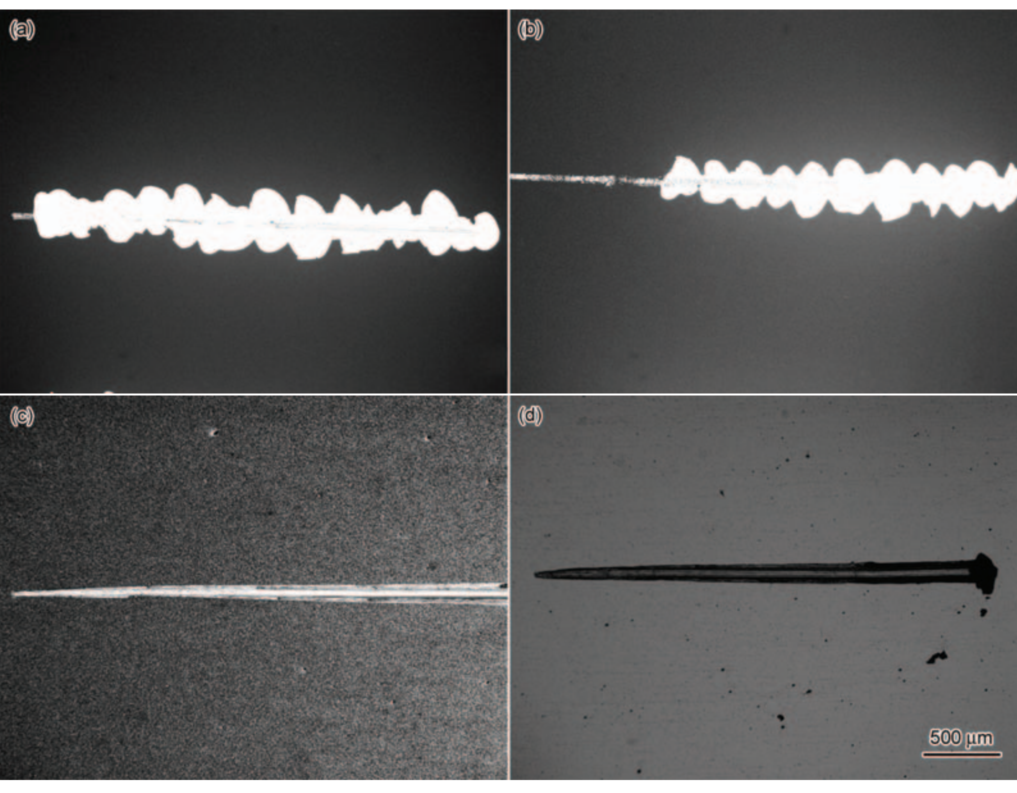


图 8 试样 No.1~No.4 的划痕照片

Fig.8 Scratch images of samples No.1 (a), No.2 (b), No.3 (c) and No.4 (d)

薄膜生长时, 低扩散能的原子受阴影效应[23]的影响易形成结构疏松、致密性差的结构. 阴影效应是指在沉积的过程中, 低扩散能的沉积粒子易受到之前沉积基团的遮挡而无法填补基团之间微空洞的现象. 并且, 低扩散能的沉积粒子易在薄膜中产生较大的残余应力, 致使薄膜在较小载荷下便开始出现断裂和大面积脱落. 但在气体放电辉弧过渡区, 高离化和高能量的沉积粒子, 不仅能够克服阴影效应影响形成致密的组织结构, 还能减少残余应力的产生. 因此, 致密的结构和较小的残余应力能使薄膜具有良好的膜基结合强度. 此外, 薄膜的临界载荷受薄膜厚度影响较大, 厚度越大则薄膜临界载荷越高[24]. 实验中检测临界载荷的样品放置于靶基距150 mm处. 由图3可知, 靶基距150 mm处的薄膜厚度基本一致, 且随 i 的增加薄膜厚度出现先增加后减少的现象, 但薄膜的临界载荷并未出现与厚度变化一致的规律. 因此说明, 实验中薄膜厚度对临界载荷的影响效果并不明显.

3 结论

(1) 通过增加靶材的电流密度可将气体放电引入辉弧过渡区. 而辉弧放电过渡区出现在电流密度大于0.2 A/cm^{2}时, 且辉弧过渡区的电流与电压呈反比关系.

(2) 当气体放电处于辉弧过渡区时, 碰撞加热发射的混合脱靶方式能够制备出高密度、高离化和高能量的沉积粒子.

(3) 相较辉光放电区, 辉弧放电过渡区内所沉积的薄膜(i= 0.217 和 0.250 A/cm^2), 具有沿靶基距增大方向上较低的厚度减小率、具有晶粒尺寸为18 nm的纳米多晶结构、具有致密的柱状晶生长结构和良好的膜基结合强度.

参考文献

[1] Yao S S, Li G Y, Hu W B. *Surface Science and Technology*. Beijing: China Machine Press, 2005: 1
(姚寿山, 李戈扬, 胡文彬. 表面科学与技术. 北京: 机械工业出版社, 2005: 1)

[2] Zhou H J, Huang M Z. *Metal Material Strength*. Beijing: Science Press, 1989: 11
(周惠久, 黄明志. 金属材料强度学. 北京: 科学出版社, 1989: 11)

[3] Zeng X Y, Wu Y P. *Surface Engineering*. Beijing: China Machine Press, 2001: 1
(曾晓雁, 吴懿平. 表面工程学. 北京: 机械工业出版社, 2001: 1)

[4] Weis H, Muggenburg T, Grosse P, Herlitze L, Friedrich I, Wuttig M. *Thin Solid Films*, 1999; 351: 184

[5] Siemroth P, Schulke T. *Surf Coat Technol*, 2000; 106: 133

[6] Se J H, Kang T S, Noh D Y. *J Appl Phys*, 1997; 81: 6716

[7] Lin J L, Wang B, Ou Y X, Sproul W D, Dahan I, Moore J J. *Surf Coat Technol*, 2013; 216: 251

[8] Konstantinidis S, Ricard A, Ganciu M, Dauchot J P, Ranea C, Hecq M. *J Appl Phys*, 2004; 95: 2900

[9] Ricard A, Nouvellon C, Konstantinidis S, Dauchot J P, Wautelet M, Hecq M. *J Vac Sci Technol*, 2002; 20A: 1488

[10] Dai D H, Zhou K S. *Modern Material Surface Technology and Science*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004: 474
(戴达煌, 周克崧. 现代材料表面技术科学. 北京: 冶金工业出版社, 2004: 474)

[11] Windows B, Savvides N. *J Vac Sci Technol*, 1986; 4A: 196

[12] Windows B, Savvides N. *J Vac Sci Technol*, 1986; 4A: 453

[13] Sproul W D, Rudnik P J, Graham M E. *Surf Coat Technol*, 1990; 43/44: 270

[14] Thomas J L. *Eng Fract Mech*, 2014; 123: 2

[15] Tian M B. *Thin Film Technology and Membrane Materials*. Beijing: TsingHua University Press, 2006: 493
(田民波. 薄膜技术与薄膜材料. 北京: 清华大学出版社, 2006: 493)

[16] Cullity B D, Stock S R. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3nd Ed., London: Prentice-Hall Press, 2001: 167

[17] Jenkin R L. *Introduction to X- Ray Diffractometry.* New York: John Wiley and Sons Press, 1996: 89

[18] Greene J E, Sundgren L, Hulitman L, Petrov I, Derstrom D B. *Appl Phys Lett*, 1995; 67: 2928

[19] Goldfarb I, Pelleg J, Zevin L. *Thin Solid Films*, 1991; 200: 117

[20] Zhao J P, Wang X, Chen Z Y, Yang S Q, Shi T S, Liu H. *Appl Phys Lett*, 1997; 30: 5

[21] McQuillan A D, McQuillan M K, translated by Feng H Y. *Titanium*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1960: 136
(McQuillan A D, McQuillan M K著, 冯胡叶译. 钛. 北京: 冶金工业出版社, 1960: 136)

[22] Song W X. *Metallography.* Beijing: Metallurgical Industry Press, 1989: 454
(宋维锡. 金属学. 北京: 冶金工业出版社, 1989: 454)

[23] Tang W Z. *The Preparation Principle, Technology and Application*. 2nd Ed., Beijing: Metallurgical Industry Press, 2003: 184
(唐伟忠. 薄膜材料制备原理、技术与应用. 第二版, 北京: 冶金工业出版社, 2003: 184)

[24] Hein K W, Leyland A, Matthewsa A. *Thin Solid Films*, 1995; 270: 431

(责任编辑:毕淑娟)

